

短中波红外探测系统宽波段高透过率薄膜

付秀华¹, 张 功^{1*}, 张 静¹, 刘冬梅¹, 杨伟声², 木 锐²

(1. 长春理工大学 光电工程学院, 吉林 长春 130022; 2. 昆明物理研究所, 云南 昆明 650223)

摘要: 短中波红外探测系统能够同时响应短波红外及中波红外两个波段, 可以满足复杂探测环境的使用要求, 在军用及民用方面获得了广泛应用。为提高红外探测器的精度, 缩短响应时间, 需要研制满足系统要求的宽波段高透过率薄膜。结合 Baumesiter 减反射膜设计理论, 对变尺度算法的评价函数进行了优化, 建立了新型加权评价函数模型, 在 2.6~3.3 μm 的水吸收波段, 根据模型设计了低敏感度高容差的膜系结构。并针对水吸收波段优化制备技术, 研究了不同离子源辅助沉积参数对 MgF_2 光谱特性的影响, 同时采用阶梯性退火工艺, 得到了一种有效降低水吸收的方法。最终所制备的薄膜在 1.5~5 μm 波段范围内光谱透过率大于 96.5%。

关键词: 光学薄膜; 减反射膜; 离子束辅助沉积; 水吸收峰; 红外探测

中图分类号: O484 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA201948.1017001

Short-medium infrared detection system broadband high transmittance film

Fu Xiuhua¹, Zhang Gong^{1*}, Zhang Jing¹, Liu Dongmei¹, Yang Weisheng², Mu Rui²

(1. Department of Optics and Electricing Engineer, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China;

2. Kunming Institute of Physics, Kunming 650223, China)

Abstract: Short-medium wave infrared detectors can work both in the low light night vision band and medium band at the same time, which can meet the requirement of complex detection environment. Infrared detector are widely used in military and civil fields. In order to improve the precision of infrared detector and shorten the response time, it is necessary to develop a wide band film with high transmittance that meets the system requirements in the short-medium band. The evaluation function of the variable scale algorithm was optimized based on the Baumesiter anti-reflection membrane design theory. A new weighted evaluation function model was established to design the membrane system structure with low sensitivity and high tolerance in the water absorption band of 2.6–3.3 μm . The influence of different ion source assisted deposition parameters on the spectral characteristics of MgF_2 was studied by optimizing the preparation technology for the water absorption band. Meanwhile, a step annealing process was used to obtain an effective method to reduce the water absorption. Finally, the spectral transmittance of the prepared film was greater than 96.5%.

Key words: optical thin film; anti-reflection film; ion beam assisted deposition; water absorption peak; infrared detection

收稿日期: 2019-05-11; 修订日期: 2019-06-21

基金项目: “十三五”装备预研基金

作者简介: 付秀华(1963-), 女, 教授, 博士生导师, 博士, 主要从事光学薄膜方面的研究。Email: goptics@126.com

通讯作者: 张功(1991-), 女, 博士生, 主要从事光学薄膜方面的研究。Email: zgoptics@126.com

0 引言

短/中波红外技术具有同时响应双波段的能力,既可以利用夜天光 1~2.5 μm 的所有能量,明显提高夜视能力的灵敏度和作用距离,又可以响应中波红外的物体自身的发射率,在空间遥感、红外天文学、医疗、公安等领域有广泛用途^[1-3]。目前常用的短中波双色碲镉汞型红外探测器对于短中波红外波段的响应是连续的^[4],虽然大气中存在的水分子会导致被探测信号在水吸收波段减弱,但是在传输距离较近时能量不会被完全吸收,在短中波全波段提高光学元件的透过率可以使进入红外焦平面的积分能量增大,提高探测器的灵敏度,提升探测系统性能^[5]。

近年来,国内外对红外高透过率薄膜展开了一系列研究,2015 年,Thorlabs 公司生产的红外精密 Ge 窗口片透过率达到 98%^[6]。2009 年西安工业大学在 ZnSe 基底上研制 2~16 μm 平均透过率超过 93% 的硬质宽带红外增透膜^[7]。2010 年,浙江大学在 ZnS 基板上采用 Ge,ZnSe 和 YbF₃ 作为薄膜材料研制了成像系统的红外短波/长波分色片反射率和透射率都达到了 93% 以上^[8]。2016 年,西安应用光学研究所研制出用于多光谱成像系统中的多波段增透膜,其在 3.7~4.8 μm 中波红外,1 064 nm 激光波长和 500~800 nm 可见光三个波段均实现了高透射率,平均透射率达到 97.5% 以上^[9]。据所查资料显示,针对提高水吸收波段的短中波红外宽波段高透过率薄膜在国内少见报道,该薄膜的研究对推动我国红外探测器的发展十分重要。

1 膜系设计

根据红外探测器工作波段的要求,需要在 Si 基片上研制 1.5~5 μm 波段高透过率薄膜。由于涵盖的波段较宽,在设计上具有一定的难度^[10]。根据减反射膜的设计理论,选择高、中、低三种材料设计超宽带减反射膜。根据材料折射率的匹配性及材料透明区范围,选择 Si 作为高折射率材料;SiO 为中间折射率材料;MgF₂ 为低折射率材料^[11-12]。根据 Willey^[13]的经验公式,如公式(1)所示,设计超宽带减反射膜的膜系结构。

$$Rave(B, L, T, D)=(4.37/D)(1/T)0.31 [\exp(B-1.4)-1](L-1)3.5 \quad (1)$$

其中,反射率的数值与带宽 $B(B=\lambda_{\max}/\lambda_{\min})$ 、膜厚总厚度 T 、最外层薄膜的折射率 n_L 及高低折射率差值 $D(D=n_H-n_L)$ 有关。结合 Baumesiter^[14]提出的构建宽带减反射膜的原则,中心波长选为 $\lambda_0=2(1/\lambda_{\min}+1/\lambda_{\max})^{-1}$,靠近空气的最外层选用最低折射率材料,膜厚为四分之一参考波长,其余膜层的光学厚度应小于等于十分之一参考波长,将初始膜系结构确定为 $S1(0.3H0.3M)^3 0.3HL1A$,其中, H 、 M 、 L 分别为高、中、低三种折射率材料。使用膜系设计软件的变尺度算法对已确定的膜系结构进行优化,该算法具有收敛性,计算精度取决于选定收敛值。在自变量很少的时候收敛值的改变量对优化数值的影响不大,为了快速优化膜系,选择收敛数为 0.001,优化后双面设计的薄膜光谱透过率如图 1 所示。

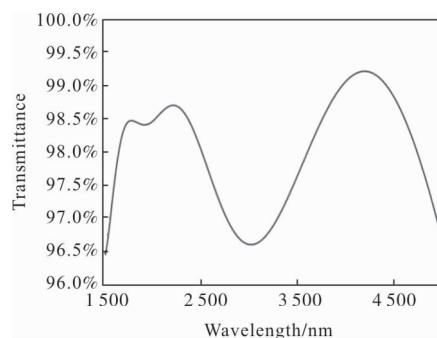


图 1 薄膜理论设计曲线

Fig.1 Theoretical design curve of thin film

从所设计的曲线图中可以看出,优化后的膜系出现了明显的峰谷,曲线在 2.6~3.3 μm 的水吸收波段平均透过率最低。通过电子束加热蒸发 MgF₂ 单层薄膜实验发现该薄膜的透过率会在水吸收波段呈现明显的下降趋势,使制备的薄膜在 2.6~3.3 μm 的光谱透过率低于设计值,并且在实际制备过程中难以避免控制误差,使得实际制备的结果与设计值存在一定的差距。如果由采用如图 1 的膜系设计,本就处于谷值的水吸收波段透过率会进一步下降,使该波段光谱透过率不能满足探测系统的要求。为了提高水吸收波段的光谱性能,在膜系结构设计时对已有的评价函数进行优化,建立新型评价函数模型,现有的变尺度算法中的评价函数模型的具体表达形式

如公式(2)所示:

$$M = \left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{[X_i - \overline{X_{total}}]}{\Delta_i} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

式中: N 为 1.5~5 μm 波段所取的点数; X_i 为该波段每一波长值对应的透过率; Δ_i 为计算值与目标值之差,评价函数取最小时停止计算得到最优解。从公式中可以看出,在给定波段范围的条件下,此优化函数没有分段优化的功能,只能在全波段进行无差别计算。对此,构建新型评价函数作为优化的评价标准。新模型将评价函数分为 1.5~2.6 μm , 2.6~3.3 μm , 3.3~5 μm 三个波段,当评价函数取最小值时得到膜系结构。优化后评价函数为:

$$M = \omega_1 \left(\frac{1}{N_1} \sum_{i=1}^{N_1} \frac{[X_{i1} - \overline{X_{total}^{cal}}]}{\Delta_{i1}} \right)^{\frac{1}{2}} + \omega_2 \left(\frac{1}{N_2} \sum_{i=1}^{N_2} \frac{[X_{i2} - \overline{X_{total}^{cal}}]}{\Delta_{i2}} \right)^{\frac{1}{2}} + \omega_3 \left(\frac{1}{N_3} \sum_{i=1}^{N_3} \frac{[X_{i3} - \overline{X_{total}^{cal}}]}{\Delta_{i3}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

权重因子 ω 为波段范围内所有点的透过率与平均透过率之差的总和的倒数。

$$\omega_i = \frac{1}{\sum_{i=1}^n (X_{i1} - \overline{X_{total}})} \quad (4)$$

式中: N_1 为 1.5~2.6 μm 波段所取的点数; X_{i1} 为该波段所取的每一个波长值对应的透过率; Δ_{i1} 为计算值与目标值的容差; N_2 与 N_3 分别为 2.6~3.3 μm 波段、3.3~5 μm 波段所取点的总数。 X_{i2} 、 X_{i3} 、 Δ_{i2} 、 Δ_{i3} 分别代表 2.6~3.3 μm , 3.3~5 μm 波段范围内波长值对应的透射率及计算值与目标值的容差。新型评价函数会在优化过程中将与目标值相差较大的波段将加权计算。将新型评价函数导入 MATLAB 的拟牛顿法中,通过自动优化后透过率曲线如图 2 所示。

从图 2 中可以看出,虽然采用新型评价函数重新优化的膜系光谱透过率的峰值从 99.2% 下降到了 98.3%,但是在 2.6~3.3 μm 的水吸收波段的光谱透过率明显提高。并且由于新型优化函数取用加权型

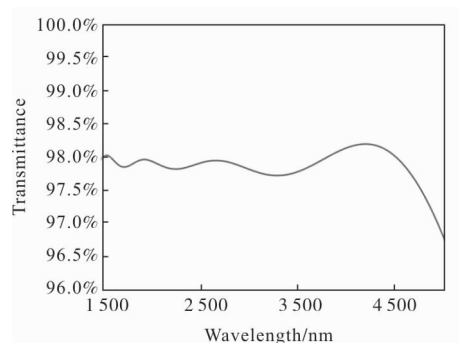
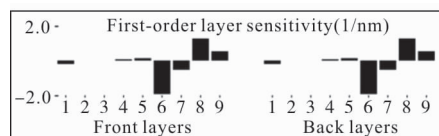


图 2 优化后薄膜理论设计曲线

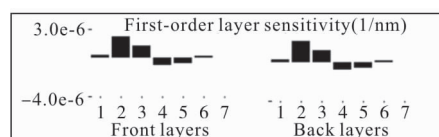
Fig.2 Theoretical design curve of thin film after optimization

平均数,权重为曲线中各点目标值与计算所得波段平均值之差总和的倒数,采用此种方法可以在优化时通过计算获得合理的权重因子,优化所得的光谱曲线会更加平滑,这样所设计出来的膜层敏感度更低,能够降低制备误差对于结果的影响。图 3 为采用新型优化函数前后所得膜系在 TFC 软件中模拟的膜层敏感度比较图。



(a) 优化前膜层敏感度计算图

(a) Layer sensitivity before optimization



(b) 优化后膜层敏感度计算图

(b) Layer sensitivity after optimization

图 3 优化前后膜层敏感度对比图

Fig.3 Sensitivity comparison before and after optimization

可以看出,由于优化后膜系的光谱透过率曲线更为平滑,在制备时膜层厚度对光谱曲线的影响减小,膜层的敏感度下降,膜层最大敏感度从 2.0 下降至 3.0×10^{-6} ,更利于膜系的制备。

2 薄膜制备

该实验沉积设备为 OPCO-900 真空镀膜机,设备配有双 270 $^{\circ}\text{C}$ 偏转电子枪,考夫曼离子源。为了提

高 MgF₂ 薄膜在水吸收波段的光谱透过率, 研究离子源辅助技术对薄膜光谱性能的影响。图 4 分别为采用离子源辅助沉积(反应气体为 Ar 气)与未采用离子束辅助沉积技术制备的 MgF₂ 薄膜光谱透过率对比图。

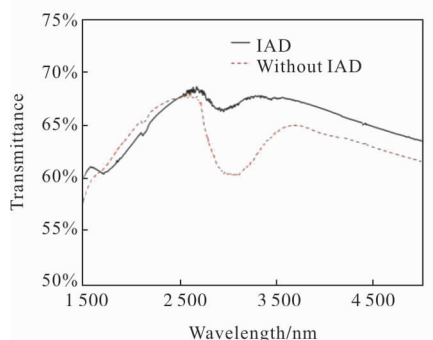


图 4 MgF₂ 薄膜光谱透过率曲线图

Fig.4 Transmittance of MgF₂

图 4 中可以看出在 2.6~3.3 μm 处, 不使用离子束辅助沉积技术制备的 MgF₂ 薄膜平均光谱透过率下降 4.2%; 而使用 Ar 为离子源反应气体的 MgF₂ 薄膜在该波段光谱平均透过率下降仅为 1.8%, 但同时, 受离子源能量轰击的影响, 薄膜在沉积过程失去氟原子产生吸收, 导致光谱透过率整体下降。为减少失氟引起的吸收, 选用 O₂ 为离子源反应气体。氧原子可以填补氟的空位, 与 Mg 原子形成新的键结^[15-16], 减小由于氟原子缺失引起的光谱吸收, 采用 O₂ 为离子源反应气体的实验参数设置如表 1 所示。

表1 离子源参数表

Tab.1 Parameter of ion beam source

Gas	Flow/sccm	Vacuum/Pa	Ion beam/mA
O ₂	15	1.0×10 ⁻²	30
	20	1.2×10 ⁻²	50
	25	1.5×10 ⁻²	70

按照表 2 所制备的 MgF₂ 的光谱曲线如图 5 所示。

从图 5 中可以看出, O₂ 为反应气体的离子束辅助沉积技术也能够有效降低 2.6~3.3 μm 的水吸收, 并且随着离子源束流的加大, 水吸收值不断减小, 但当离子束流从 50 mA 加大到 70 mA 时, 水吸收处的光谱改变量很小。同时随着离子源能量的增大, 薄膜的光谱透过率下降, 这是由于增大氧气流量及离子束流会使膜层中 Mg-O 的含量加大导致膜层折射

率上升。由于 Si 和 SiO 在镀制过程中会与氧反应生成氧化物, 故在镀制这两种材料时选择 Ar 为离子源反应气体。经过反复实验, 确定薄膜主要工艺制备参数如表 2 所示。

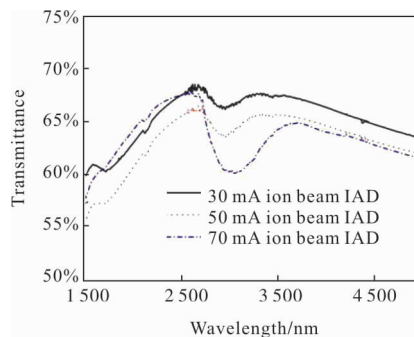


图 5 O₂ 离子源辅助沉积 MgF₂ 薄膜透过率

Fig.5 Transmittance of MgF₂ under O₂ ion assistant deposition(IAD)

表2 薄膜沉积工艺参数表

Tab.2 Parameter of thin film deposition

Material	Temperature /°C	Deposition rate/nm·s ⁻¹	Reaction gas	Ion beam /mA
Si	200	0.3	Ar	50
SiO		0.5	Ar	50
MgF ₂		0.8	O ₂	50

3 测试结果与分析

对所制备的薄膜进行光谱测试和附着力测试。

3.1 光谱性能测试与分析

分别采用岛津分光光度计测试 1.5~2.5 μm 波段, 安捷伦傅里叶红外光谱仪测试 2.5~5 μm 波段薄膜的光谱的透过率, 测试结果如图 6 所示。

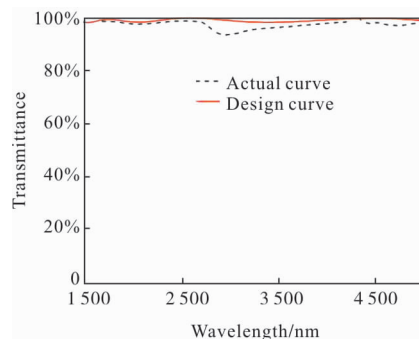


图 6 测试光谱曲线与理论光谱曲线对比图

Fig.6 Comparison between actual and theoretical spectrum curve

所制备的薄膜在 1.5~2.6 μm 与 3.3~5 μm 波段的光谱透过率设计的光谱曲线基本重合,但在 2.6~3.3 μm 的水吸收波段实际制备的薄膜的光谱透过率仍要低于设计值,没有达到光谱指标的要求。这是由于即使采用了离子源辅助沉积技术,薄膜的聚集密度 P 也不可能达到 1,在薄膜淀积的过程以及真空室恢复大气压的过程中会有一定的水汽分子吸附在膜层中,为了去除膜层中的水汽,在薄膜制备完成后采用阶梯性退火法,具体工艺参数如图 7 所示,阶梯性退火后膜层光谱透过率测试曲线如图 8 所示。

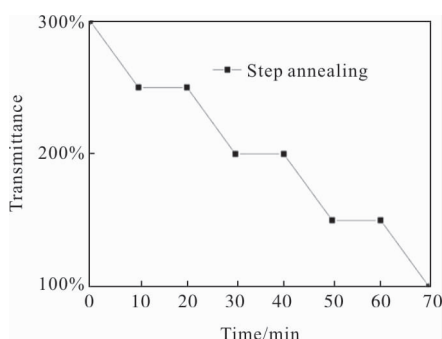


图 7 阶梯性退火参数

Fig.7 Parameter of step annealing process

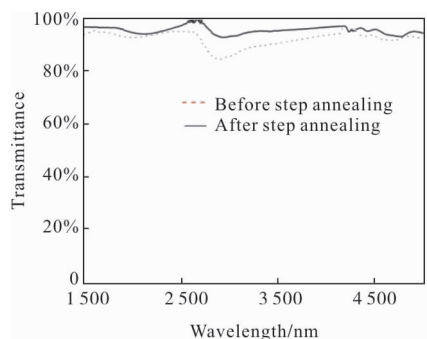


图 8 退火前后透过率对比图

Fig.8 Transmittance comparison of before and after step annealing

从图 8 中可以看出,在阶梯性退火后,在 2.6~3.3 μm 的水吸收波段光谱透过率有所上升,退火使膜层沉积粒子获得能量进行再迁移,提高了膜层的致密度,减少水吸收对光谱透过率的影响^[17]。阶梯性退火工艺后,1.5~5 μm 波段范围各点对应的膜层透过率均大于 96.5%。

3.2 附着力实验

采用压带剥落法(scotch tape/peel test)测试薄

膜的附着性^[18]。用胶带粘贴薄膜,再用外力使薄膜与衬底脱落,并根据附着胶带薄膜被拉下来的情况来判断附着力的大小。测试使用 3M scotch 610 测试胶带,粘着力为(10±1) N/25 mm,与膜面成 90°撕拉胶带,重复三次,膜层无变化。

4 结论

通过对材料特性及折射率适应性的研究,选取三种薄膜材料设计了短中波红外宽带增透膜;并在实验过程中改变离子源辅助沉积工艺条件,研究不同离子源工作气体对薄膜的影响,通过实验对比,确定 O_2 为离子源辅助沉积反应气体,并调整离子源能量参数。针对薄膜在大气中暴露放置后吸水导致薄膜光谱透过率下降的问题,采用阶梯性退火工艺,在降低薄膜应力的同时,提高膜层的致密性,改善了薄膜在淀积过程中水分子吸附的问题,使所制备的薄膜的透过率大于 96.5%。制备的薄膜能够经过附着力实验,膜层牢固。但是从测试结果可以看出,现有工艺并没有完全消除水吸收的影响,水吸收波段仍然存在光谱性能的损失。如何消除水吸收对薄膜性能的影响是下一步的研究重点。

参考文献:

- [1] Bai Yu, Liao Zhiyuan, Liao Sheng, et al. Infrared dual band athermal optical system with common aperture[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2016, 24(2): 268–277. (in Chinese)
- [2] Liang Chao, Ma Tianxiang. Design of infrared imaging nonuniform correction system based on black body calibration [J]. *Chinese Journal of Optics*, 2016, 9(3): 385–393. (in Chinese)
- [3] Hong Jin, Wang Zhengyun, Hu Yadong, et al. Research of life test and design of system for satellite-borne infrared detector assembly [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2018, 26(5): 1148–1155. (in Chinese)
- [4] Pham T, Du W, Tran H, et al. Systematic study of Si-based GeSn photodiodes with 26 μm detector cutoff for short-wave infrared detection[J]. *Optics Express*, 2016, 47: 1–18.
- [5] Tong Z, Lin C, Chen H, et al. MTF measurement and analysis of linear array HgCdTe infrared detectors[J].

- Infrared Physics & Technology*, 2018, 8: 123–127.
- [6] Zhang Ying, Liu Zhiguo, Guo Zhuanyun, et al. A high-sensitivity fiber grating pressure sensor and its pressure sensing characteristics[J]. *Acta Optica Sinica*, 2002, 22 (1): 89–91. (in Chinese)
- [7] Pan Yongqiang, Hang Lingxia, Liang Haifeng, et al. Ultrabroad band and hard infrared antireflection coatings on ZnSe for 2–16 μm [J]. *Acta Optica Sinica*, 2010, 30(4): 1201–1204. (in Chinese)
- [8] Zhang Yuegang, Wang Ying, Sun Xuezheng, et al. Design and fabrication of short-wave/longwave infrared dichroic beam splitter [J]. *Acta Optica Sinica*, 2010, 30 (2): 597–601. (in Chinese)
- [9] Mi Gaoyuan, Zhang Jianfu, Han Jun, et al. Research on antireflection coating for TV, laser, mid-infrared wavebands[J]. *Laser & Infrared*, 2016, 46(5): 593–596. (in Chinese)
- [10] Yan Langqin, Zhang Shuyu, Liu Wei, et al. Study on high transmittance and more stable antireflection film on germanium for 8–11.5 μm [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2010, 39(5): 871–874. (in Chinese)
- [11] Shi G, Mei L, Zhang L C. Characterization of optical and microstructural properties of AlF_3 thin films deposited on spherical element [J]. *Chinese Journal of Optics*, 2013, 6(6): 906–911. (in Chinese)
- [12] Wang Duoshu, Li Youlu, Li Kaipang, et al. Research method of the temperature characteristic of infrared thin-film[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2018, 47 (4): 0404006. (in Chinese)
- [13] Willey Ronald R, Baumeister P. Predicting achievable design performance of broadband antireflection coatings [J]. *Applied Optics*, 1993, 32(28): 5447–5451.
- [14] Baumeister P. Design of multilayer filters by successive approximations [J]. *Journal of the Optical Society of America*, 1958, 48(12): 955–957.
- [15] Nakazawa S, Toyoda N, Mochiji K. Fluoride thin film formation with low optical absorption by gas cluster ion beam assisted deposition. [J] *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research*, 2016, 261 (1–2): 656–659.
- [16] De R, Haque S M, Tripathi S, et al. Effect of sputtering power on MgF_2 thin films deposited by sputtering technique under fluorine trapping [C]//Dae Solid State Physics Symposium, 2016.
- [17] Lu Z, Yang K, Ai Y, et al. Crystal quality improvement of sputtered AlN film on sapphire substrate by high-temperature annealing [J]. *Journal of Materials Science Materials in Electronics*, 2018: 1–8.
- [18] Qian Dahan, Jia Jia, Chen Liulian, et al. Recent progress in evaluation of thin film adhesion in optoelectronic device[J]. *Infrared*, 2011, 32(1): 10–15. (in Chinese)